



(19)

(11) Publication number:

59023801 .

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 57131847

(51) Intl. Cl.: B22F 1/00

(22) Application date: 28.07.82

(30) Priority:

(43) Date of application publication: 07.02.84

(84) Designated contracting states:

(71) Applicant: CHISSO CORP

(72) Inventor: TANAHASHI MASATOSHI

(74) Representative:

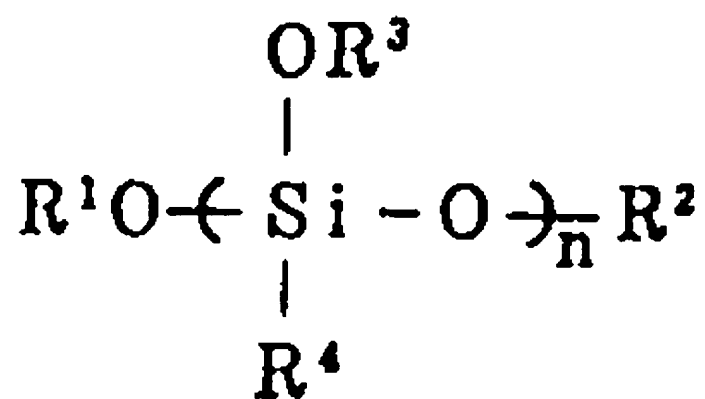
**(54) MANUFACTURE OF MAGNETIC
METALLIC POWDER WITH
SUPERIOR OXIDATION RESISTANCE
AND DISPERSIBILITY**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain magnetic metallic powder having superior oxidation resistance and superior dispersibility when added to paint by coating the surfaces of the particles of magnetic metallic powder with a specified alkylsiloxane.

CONSTITUTION: Magnetic metallic powder is immersed in an org. solvent contg. an alkylsiloxane represented by the formula or its resin to coat the powder with the alkylsiloxane or its resin. In the formula, each of R1, R2 and R3 is a 1W7C hydrocarbon group, R4 is a 7W21C hydrocarbon group, (n) is an integer of 1W 20, and when (n) is ≥ 2 , groups R3 are identical with or different from each other, and groups R4 are identical with or different from each other. Toluene, xylene or the like is used as the org. solvent, and the preferred amount of the alkylsiloxane or its resin coating the magnetic metallic powder is about 0.2W 5wt% per 100pts.wt. powder.

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&Japio



⑩ 日本国特許庁 (JP)
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭59-23801

⑤ Int. Cl.³
B 22 F 1/00

識別記号

庁内整理番号
6441-4K

⑬ 公開 昭和59年(1984)2月7日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 耐酸化性及び分散性のすぐれた磁性金属粉末
の製造方法

⑯ 特 願 昭57-131847
⑰ 出 願 昭57(1982)7月28日
⑱ 発 明 者 棚橋正敏

⑲ 出 願 人 横浜市金沢区乙舩町10番1号
チッソ株式会社
大阪市北区中之島3丁目6番32号
⑳ 代 理 人 弁理士 佐々井弥太郎 外1名

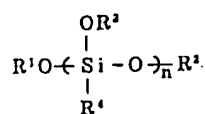
明 細 書

1. 発明の名称

耐酸化性及び分散性のすぐれた磁性金属粉末
の製造方法

2. 特許請求の範囲

下記一般式で示されるアルキルシロキサン又はそのレジンを含有する有機溶媒中に磁性金属粉末を浸漬することを特徴とする耐酸化性及び分散性のすぐれた磁性金属粉末の製造方法。



(ここに、R¹、R²、R³は炭素原子数1～7の炭化水素基、R⁴は炭素原子数7～21の炭化水素基、nは1～20の整数を表わす。R³、R⁴はそれぞれ同一分子内に複数あるときは同じものであつても異なつたものであつてもよい。)

3. 発明の詳細な説明

磁石や

この発明は、一般の磁気記録媒体などに有用な磁性金属粉末であつて耐酸化性及び分

散性にすぐれたものの製造方法に関する。

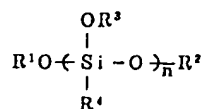
金属鉄粉末などの磁性金属粉末は、一般的に金属酸化物粉末を加熱還元して製造されるものであり、酸化物系磁性粉末に比較して、磁気特性に優れているが、反面、酸化を受け易く、磁気特性が経時的に低下し、又発火の危険性さえあるという大きな問題を持つている。

このような事情から、従来では、加熱還元して得られた直後の金属粉末をトルエンなどの溶媒に浸漬し、戸過、風乾などによつて徐々に表面を酸化させる方法、上記溶媒に浸漬した状態で空気を吹き込み金属磁性粉末の粒子表面に酸化被膜を形成させる方法、あるいは、各種カップリング剤、界面活性剤等で金属粉末を処理する方法などによつて耐酸化性を向上させることが試みられている。しかし、これらの方法でも耐酸化性は十分とはいえず、まだまだ改良の余地を残している。

本発明者は、磁性金属の有する上記欠点を改善するため、鋭意研究を重ねた結果、磁性金属

粉末の粒子表面を特定のアルキルシロキサン又はそのレジンで被覆すれば、優れた耐酸化性をもち磁気特性の劣化が少なく、塗料化時の分散性にも優れた磁性金属粉末が得られることを見出し、本発明に到達したものである。

前記シロキサン又はそのレジン(以下シロキサン等という。)は下記一般式で示されるものである。



ここに R^1 , R^2 , R^3 は炭素原子数 1 ~ 7 の炭化水素基、 R^4 は炭素原子数 7 ~ 21 の炭化水素基、 n は 1 ~ 20 の整数を表わす。 R^3 , R^4 はそれぞれ同一分子内に複数あるときは同じものであつても異なつたものであつてもよい。

R^1 , R^2 及び R^3 は炭素原子数が大き過ぎると金属粉末表面への付着性が低く好ましくない。他方 R^4 の炭素原子数が小さ過ぎると金属粉末表面の隠ぺい力が小さくなることに帰因すると

に制限はなく、金属鉄、金属コバルト、金属ニッケルなどの金属粉末もしくはこれらの各種合金粉末又はこれらの金属に更に銅、クロム、けい素、亜鉛、アルミニウムなどの他の金属が一部含まれる合金の粉末等広範なものが包含される。更にこれらの金属粉末は、耐酸化性をいつそう向上させる目的で粒子表面に種々の手段によつて酸化被膜を形成したものであつてもよい。

以下に実施例によつて本発明を説明するが、本発明は、勿論これらに限定されるものではない。

実施例

水素気流中で、 $\alpha\text{-FeOOH}$ を加熱還元して得た金属鉄粉末 100 重量部を、下記構造式をもつアルキルシロキサンレジン 1 重量部を配合したトルエン 500 重量部に浸漬して攪拌し、戸過風乾した。

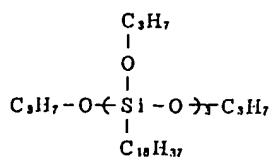
考えられるが、耐酸化性が小さくなり好ましくない。 R^4 の炭素原子数が大き過ぎると前記シロキサンの製造のための反応速度が小さく該シロキサン及びそのレジンの入手が困難となり好ましくない。

前記アルキルシロキサン等を前記磁性金属粉末に被覆するには、該アルキルシロキサン等を有機溶媒に溶解又は分散させこれに該磁性金属粉末を浸漬すればよい。このままの状態で磁性塗料の製造に供してもよいし、一旦乾燥して使用してもよい。

前記有機溶媒としては、トルエン、キシレン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、酢酸ブチル等通常磁性塗料用溶媒として使用されるものを使用することができる。

ここで用いるアルキルシロキサン等は、前記磁性金属粉末 100 重量部に対して被覆量が 0.2 ~ 5 重量%となる量が好ましい。

本発明で用いる磁性金属粉末としては、特



これを表 1 に示す配合にて、ボールミルを用い 80 時間分散し磁性塗料を調整した。これを厚さ 12 μ のポリエステルフィルム基体上に塗布し、80 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分乾燥し、厚み 4 μ の磁性層を形成せしめた。得られた被覆フィルムを巾 10 mm に裁断して磁気テープを作製した。

比較例 1

実施例においてアルキルシロキサンレジンを用いない以外は実施例と全く同様の方法で磁気テープを作製した。

比較例 2

実施例において、アルキルシロキサンレジンの代わりに、 γ -アミノプロピルトリエトキシラン 1 重量部を用いた以外は実施例と全く同様の方法で磁気テープを作製した。

実施例および比較例で得られた各磁気テープ

表 1

につき飽和磁束密度(Bm)、残留磁束密度(Br)および角形比(Br/Bm)、又耐酸化性の目安として残留磁束密度の経時変化(80℃, 90%RH, 1週間)を調べ、結果をまとめて表1に示す。この表から、本発明に係る磁気テープは、比較例にくらべ、耐酸化性が優れていることが明らかである。

		実施例	比較例	
			1	2
配合 (重量部)	金屑磁性粉	100	100	100
	VAGH*1	15	15	15
	コロネートL*2	3	3	3
	トルエン	100	100	100
	メチルエチルケトン	60	60	60
	メチルイソブチルケトン	150	150	150
	レシチン	3	3	3
磁気 特性	Bm (G)	3620	3000	3140
	Br (G)	2860	2040	2260
	Br/Bm	0.79	0.68	0.72
	耐酸化試験後Br(G)	2780	1580	1860
	Br低下率 (%)	2.8	22.5	17.7

*1 UCC社製 塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコールブレポリマーの商標

*2 日本ポリウレタン工業製 三官能性ポリイソシアネートの商標